

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **01160838 A**

(43) Date of publication of application: **23.06.89**

(51) Int. Cl.

C03B 37/012

G02B 6/00

G02B 6/22

(21) Application number: **62316070**

(22) Date of filing: **16.12.87**

(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

(72) Inventor: **OGA YUICHI
SUGANUMA HIROSHI
KANAMORI HIROO
TANAKA GOTARO**

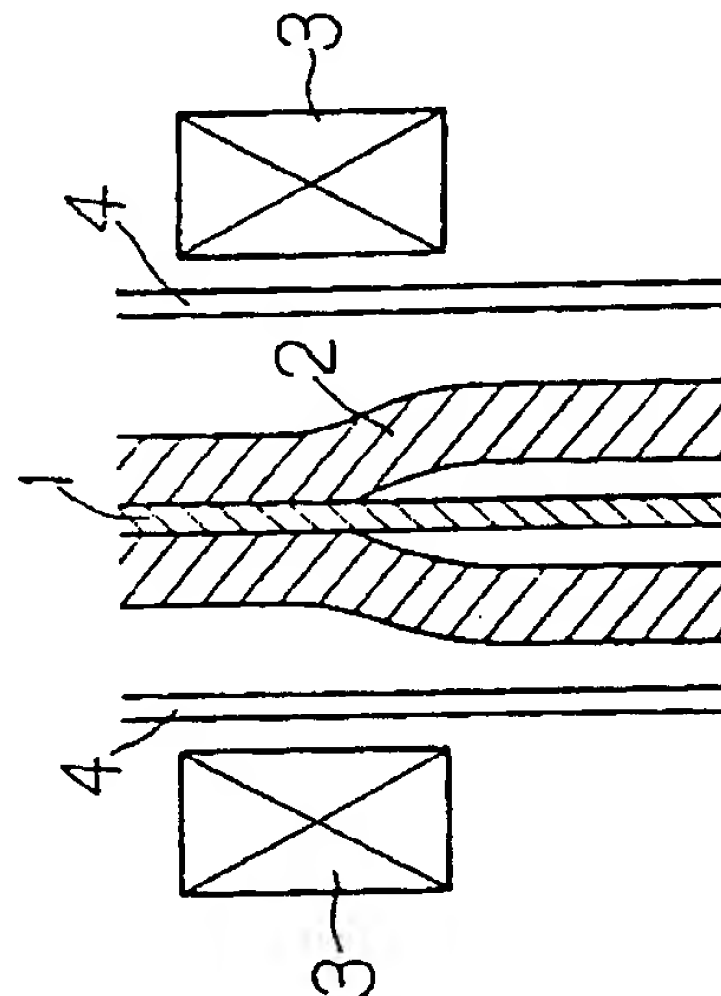
**(54) PRODUCTION OF PREFORM FOR
DISPERSION-SHIFT OPTICAL FIBER**

(57) Abstract:

PURPOSE: To produce the subject preform having a prescribed refractive index profile shape formed with a high accuracy, by pretreating and heating a specific composite rod for a core in an atmosphere of chlorine (compound gas) and collapsing the resultant rod.

CONSTITUTION: A pure SiO_2 rod 1 for an inner core is inserted into an SiO_2 glass pipe 2 containing F added thereto for an outer core, set in a furnace core tube 4 of an electric furnace 3, pretreated, heated at $1000^\circ\text{W}/1300^\circ\text{C}$ in an atmosphere of chlorine (compound gas) and collapsed to provide a composite rod for the core, which is then inserted into an SiO_2 glass pipe containing F added thereto for a clad, heated and integrated at $1800^\circ\text{W}/1900^\circ\text{C}$ in the same atmosphere as that described above to afford the aimed dispersion-shift optical fiber preform having a stepped refractive index profile.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio



2/7

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-160838

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)6月23日

C 03 B 37/012
G 02 B 6/00
6/22

3 5 6

A-8821-4G
A-7036-2H
7036-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 分散シフト光ファイバ用母材の製造方法

⑯ 特 願 昭62-316070

⑰ 出 願 昭62(1987)12月16日

⑱ 発 明 者 大 賀 裕 一 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

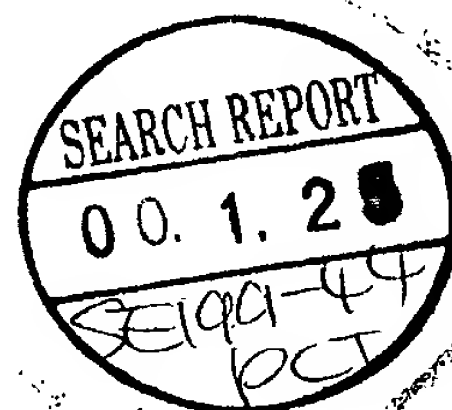
⑲ 発 明 者 菅 沼 寛 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑳ 発 明 者 金 森 弘 雄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

㉑ 発 明 者 田 中 豪 太 郎 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

㉒ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉓ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外3名



明 細 書

ファイバ用母材の製造方法。

1. 発明の名称

分散シフト光ファイバ用母材の製造方法

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は零分散波長が1.5 μm 帯にあり、伝送損失の低減されたシングルモード光ファイバ用母材の製造方法に関するものである。本発明の母材から製造される1.5 μm 帯零分散シフトシングルモードファイバは、長距離かつ大伝送容量の光通信線路として用いて好適である。

〔従来の技術〕

石英(SiO_2)系光ファイバでは、光の波長1.5～1.6 μm 領域(1.5 μm 帯)で伝送損失が最小となるため、この波長域で光伝送すれば最大の中継間隔が得られ、長距離通信が可能となる。一方、大伝送容量を得るには、マルチモードファイバよりもはるかに広い伝送帯域を持ち、非常に高い伝送速度を可能とするシングルモードファイバが用いられるが、この際、使用波長におけるファイバの分散効果を最小としておく必要がある。

2. 特許請求の範囲

純 SiO_2 からなる内側コア部及びその外周にあつてフッ素添加 SiO_2 ガラスからなる外側コア部を有するコア部と、前記外側コア部外周にあつて該外側コア部より低い屈折率のフッ素添加 SiO_2 ガラスからなるクラッド部を有する階段状屈折率分布の分散シフト光ファイバ用母材を、内側コア用純 SiO_2 ロッドを外側コア用フッ素添加 SiO_2 ガラスパイプ内に収容せしめて加熱一体化してコア用複合ロッドとし、次に該コア用複合ロッドをクラッド用フッ素添加 SiO_2 ガラスパイプ内に収容せしめて加熱一体化することにより製造する方法において、加熱一体化は電気炉内で塩素又は塩素化合物を含む雰囲気下1000～1500℃の温度範囲内で前処理加熱した後上記雰囲気下1800～1900℃の温度範囲内で加熱することを特徴とする分散シフト光フ

したがって、長距離・大伝送容量用の石英系光ファイバとして、 $1.55\mu\text{m}$ 帯で材料分散と構造分散の和が零となるようにファイバ構造を設計した $1.55\mu\text{m}$ 帯零分散シフト・シングルモードファイバ(以下分散シフトファイバという)の開発が進められている。

ところで、シングルモードファイバにおいて零分散波長を通常の $1.3\mu\text{m}$ 帯から $1.5\mu\text{m}$ 帯へシフトさせるには、ファイバの径をより細くすると共に、コアとクラッドの屈折率差 Δn を増大させる必要がある。コアとして GeO_2 添加石英($\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$ と略す)を用いた場合、 Δn を大きくとるために GeO_2 添加量を増すと、伝送損失も増加するという現象は、よく知られた問題である。そこで、 $1.55\mu\text{m}$ で伝送損失が最低であり、しかも耐放射線特性、耐水素特性、初期伝送損失等においても原理的に優れている純石英(純 SiO_2)をコアとし、フッ素添加石英(フッ素- SiO_2 と略す)をクラッドとしたファイバ構造が種々検討されている。

よるコラップスでガラス母材を作製する理由は、複数バーナを用いたVAD法によりこのような内側が純 SiO_2 で外側がフッ素- SiO_2 からなるスト体を作製しようとする、フッ素が内側コアへと拡散してしまい、第2図のようなステップ型屈折率分布構造が実現できないからである。このようなステップ型プロファイルを有する $1.5\mu\text{m}$ 帯分散シフト光ファイバは、モードフィールドが大きく、長波長側で側圧の影響なく使用できるという利点を有している。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上記従来法のように酸水素バーナを用いてコラップスする方法は、局部的加熱が容易にできるため、母材中のアワ残留はないが、バーナから多量のOH基が発生するために、母材中に水素(H)の影響を及ぼすことが考えられ、好ましいものではない。また、高温の H_2O にフッ素- SiO_2 がさらされてフッ素が揮発するために第4図のように屈折率分布形状が変動したり、重量が減少するという問題もあつた。さらに、酸水

本発明者等は、第2図に示すように内側コア21が純 SiO_2 からなり、外側コア22が内側コア21より d_1 (%)低い屈折率 n_1 のフッ素- SiO_2 、クラッド23が外側コア22よりさらに d_2 (%)低い屈折率 n_2 のフッ素- SiO_2 ($d_1 > d_2$)からなる階段状屈折率分布を有する分散シフトファイバ構造を、既に特願昭60-220189号明細書にて提案している。このときの d_1 は $0.6\sim 0.8\%$ 、 d_2 は $0.1\sim 0.5$ であることが好ましく、また、外径 $125\mu\text{m}$ のファイバで内側コア径は約 $4\mu\text{m}$ 、外側コア径は $6.5\mu\text{m}$ 、クラッド径/内側コア径(比)は大体50程度である。

また、第2図の構造のファイバ用母材を作製するには、内側コア用ロッドを外側コア用パイプ内に収容し、外側から酸水素バーナで加熱する、いわゆるロッドインチューブ法によりコラップスしてコア用ガラス体を得た後、これとクラッド用パイプを再度コラップスする方法によつていた。このようにロッドインチューブ法に

酸バーナによる加熱では、コア径がせいぜい $4.5\mu\text{m}$ 程度のものでしかコラップスできず、かなり太径のガラスロッドを作製しても、これに適應するようにわざわざ径を細く延伸したりする必要があつた。

本発明はこのような現状に鑑みて、第2図の構造の $1.5\mu\text{m}$ 帯零分散シフトファイバ用母材の改良された製造法を目的としてなされたものであつて、所定の屈折率分布形状を精度良く形成することができ、また大型母材が作製できるため生産性もよい方法を提供するものである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は純 SiO_2 からなる内側コア部及びその外周にあつてフッ素添加 SiO_2 ガラスからなる外側コア部を有するコア部と、前記外側コア部外周にあつて該外側コア部より低い屈折率のフッ素添加 SiO_2 ガラスからなるクラッド部を有する階段状屈折率分布の分散シフト光ファイバ用母材を、内側コア用純 SiO_2 ロッドを外側コア用フッ素添加 SiO_2 ガラスパイプ内に収容せしめて加

熱一体化してコア用複合ロッドとし、次に該コア用複合ロッドをクラッド用フッ素添加 SiO_2 ガラスパイプ内に収容せしめて加熱一体化することにより製造する方法において、加熱一体化は電気炉内で塩素又は塩素化合物を含む雰囲気下 $1000 \sim 1500^\circ\text{C}$ の温度範囲内で前処理加熱した後、上記雰囲気下 $1800 \sim 1900^\circ\text{C}$ の温度範囲内で加熱することを特徴とする分散シフト光ファイバ用母材の製造方法である。

本発明は、従来の緩水素バーナを用いるコラップスにかえて、第1図に示すように電気炉3で加熱してコラップスするものである。まず第1図のようにガラスロッド1をガラスパイプ2の中に挿入した状態で電気炉3の炉心管4内にセットし、炉内の雰囲気を塩素又は塩素化合物を含むものとし、 $1000 \sim 1500^\circ\text{C}$ の温度範囲内で加熱して前処理を行なう。次に同じ雰囲気下で $1800 \sim 1900^\circ\text{C}$ に加熱してガラスロッド1とガラスパイプ2を一体化する。このときの炉内雰囲気に含まれる上記塩素又は塩素

化合物としては例えば Cl_2 , CCl_4 , SOCl_2 等が挙げられる。なお電気炉は実施例では抵抗炉を用いたが高周波炉を用いることもできる。

本発明においては、まず第1段として、内側コアとなる純 SiO_2 ガラスロッドと外側コアとなるフッ素 - SiO_2 パイプとを第1図の構成で上記のようにコラップスし、コア用複合ロッドを得る。次に該コア用複合ロッドとクラッドとなる F- SiO_2 パイプを同様にコラップスして、純 SiO_2 内側コア / フッ素 - SiO_2 外側コア / フッ素 - SiO_2 クラッドからなる分散シフト光ファイバ用母材を得るのである。

本発明における純 SiO_2 からなるガラスロッドは、 $1.5 \mu\text{m}$ 帯用零分散シングルモードファイバのコア材として使用できる品質のものであればどのような製法によつてもよいが、通常は公知の VAD 法により作製した純 SiO_2 ストートを透明化したロッドを用いる。

フッ素 SiO_2 からなる外側コア又はクラッド用パイプとしては、やはり VAD 法で作製した

SiO_2 ストートを脱水し、例えば SF_6 , SiF_4 , CCl_2F_2 等のフッ素化合物を含有する雰囲気中で加熱することにより、該ストートに設計量の F (フッ素) を添加し、これを透明化してフッ素 - SiO_2 透明ガラス体を得た後、その中央を超音波穿孔機で穴明け加工したものが用いられる。また、該パイプ内面はコラップスに先立ち、予め SF_6 等のガスでその内面をエッチング処理しておくことが、コラップス後の母材中の気泡発生を防止する上で、また伝送損失を低減する上で好ましい。

なお、外付法によりマンドレル外周にストートを堆積させて、パイプ状のストート体を作製する方法が知られており、この方法でフッ素 - SiO_2 パイプを作製することも可能であるが、マンドレル抜き取りの際に、パイプ内面に傷を発生させやすい。

内側コア用ロッドは前記のように純 SiO_2 であるが、外側コア用パイプとしては、第1図の d_1 が $0.6 \sim 0.8\%$ となるように $2.7 \sim 5.5$ 重量%

のフッ素を添加した SiO_2 が好ましい。また、クラッド用パイプとしては、第1図の d_2 が $0.1 \sim 0.3\%$ となるように $0.3 \sim 1$ 重量%のフッ素を添加した SiO_2 が好ましい。さらに、内側コアと外側コアはその径比が内側コア径 / 外側コア径 $= 0.4 \sim 0.8$ 程度であることが好ましい。以上のような限定は $1.5 \mu\text{m}$ 帯用零分散シフトシングルモードファイバとし、また曲げ損失 (側圧) の影響を受けにくくするためのものである。

〔作用〕

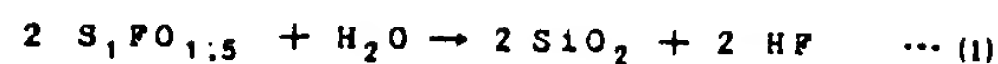
従来も電気炉を用いてコラップスする方法が試みられたが、母材中にアワが残留したり、母材が変形する問題があり実用できなかった。本発明者らは、電気炉を用いても塩素または塩素化合物ガスを含む雰囲気中で $1000 \sim 1500^\circ\text{C}$ の温度範囲で行なう前処理により、母材中の気泡残留を防止できることを実験により確認した。更に研究の結果この前処理の後上記と同じく塩素または塩素化合物を含む雰囲気下で $1800 \sim 1900^\circ\text{C}$ の電気炉を用いるコラップスによ

つて、コア径 10 mm、外径 60 mm といった大型母材の製造を可能としたものである。これは、従来の酸水素バーナでは、せいぜいコア径 4.5 mm、外径 22 mm 程度のものしか好適にコラップスできなかつたのに比較して、非常に大型の母材製造を実現したと言える。

本発明によつて、例えば第 1 回目のコラップスで外径 8 ~ 12 mm の内側コア用ロッドと、外径 40 ~ 50 mm の外側コア用パイプを一体化し、第 2 回目は上記で得た一体化コア用ロッドを外径 8 ~ 12 mm に延伸して、これと外径 40 ~ 50 mm のクラッドパイプを再び一体化することで、最終的にはクラッド径/コア径(比)が約 30 倍のものが得られる。この母材サイズは酸水素バーナを用いた従来法による太径ファイバ母材の約 10 倍(ファイバ換算長)に達する。

また、本発明は電気炉を用いることで、酸水素炎によつた場合の悪影響、特に屈折率分布の変動と重量減少の問題を排除できる。酸水素炎

にフッ素 - SiO_2 ガラスが高温に曝されると、火炎からの H_2O により、



上記(1)、(2)式等の反応が起り、表面のフッ素(F)が HF, SiF_4 となつて揮発してしまい、屈折率分布が第 4 図に示すように変つてしまうと同時に母材の重量も減少するわけである。

これに対し、本発明の電気炉によるコラップスでは、上記の高温の H_2O が存在しないので、(1)、(2)式の反応は殆んど起らず、従つて、屈折率分布の変化、重量減少は抑えられる。

さらに、本発明の方法は各ロッドやパイプを別個に作製しておいて、これをロッドインチューブ法を繰返して順次一体化するという簡単な方法で、第 2 図に示すような高 N.A である屈折率分布構造を実現できるという点で有利である。

[実施例]

実施例 1

VAD 法により作製した純 SiO_2 のガラスロッド

ドを電気抵抗炉を用いて延伸し、外径 12 mm、長さ 700 mm の内側コア用ロッドとした。別に、VAD 法により作製した純 SiO_2 からなる多孔質母材を脱水、F 添加、透明化して、フッ素を 2 重量%含むフッ素 - SiO_2 ガラスからなる外径 50 mm のロッドを得た。このフッ素 - SiO_2 ロッドの中央に超音波穿孔機を用いて内径 12 mm の穴を貫通させ、外側コア用フッ素 - SiO_2 パイプ材とした。

上記外側コア用フッ素 - SiO_2 パイプを第 1 図に示したと同じ抵抗炉に収りつけ、下記の表 1 に示す条件でパイプ内壁をエッチング処理した。次で、内側コア用純 SiO_2 ロッドを該パイプ中空部に挿入し、表 1 の条件で前処理した後に、両者を加熱一体化した。この条件も表 1 に示す。

表 1

エッチング		前 処 理		コラップス	
SF_6	200 cc/分	SOCl_2	200 cc/分	SOCl_2	200 cc/分
Cl_2	200 cc/分				
O_2	1000 cc/分	O_2	1000 cc/分	O_2	1000 cc/分
温度	1700℃	温度	1500℃	温度	1850℃

以上で得られた内側コア及び外側コアからなるガラスロッドを抵抗炉を用いて外径 8.5 mm に延伸し、複合コア用ロッドとした。

VAD 法により外側コアパイプを作製した上記方法に準じ、別途、外径 50 mm でフッ素を 2.5 重量%含有するクラッド用フッ素 - SiO_2 ガラスロッドを得、この中央部にも同様に内径 8 mm の孔を貫通させ、表 1 の条件で内面エッチング処理して、クラッド用フッ素 - SiO_2 ガラスパイプを得た。該クラッド用フッ素 - SiO_2 ガラスパイプと前記複合コア用ロッドを、前記したと同様に表 1 の条件でコラップスして一体化した。

以上で得られたプリフォームは、第 5 図に示す屈折率分布構造を有しており、 A_1 は 0.6%、 A_2 は 0.15% であり、正常な屈折率分布でかつ、重量変化もきたしていなかつた。また、これを線引きして、外径 125 μm 、内径コア径 4 μm 、外側コア径 6.5 μm の所期の屈折率分布を有する 1.55 μm 分散シフトファイバを得た。

比較例 1

内側コア用 SiO_2 ロッド、外側コア用 2 重量 % フッ素 - SiO_2 ガラスパイプ及びクラッド用 2.5 重量 % フッ素 - SiO_2 ガラスパイプを、それぞれ実施例 1 の場合と同様に作製したが、抵抗炉にかえて酸水素バーナを用い、表 2 の条件でパイプ内面エッチング、前処理、コラップスを行った。なお、複合コア用ロッド外径は 4.5 mm ϕ 、クラッド用パイプ径は 25 mm ϕ にした。

表 2

エッチング		前 処 理	コラップス
SF_6	300 cc/分	—	—
O_2	600 cc/分	—	—
Cl_2	100 cc/分	Cl_2 500 cc/分	Cl_2 500 cc/分
温度	1400℃	温度 1100℃	温度 1750℃

得られたプリフォームは第 4 図のように変化した屈折率分布構造を有しており、重量は 10 % 減少していた。当然このプリフォームからは所期の屈折率分布を有するファイバは得られな

用母材の屈折率分布を示す図、第 4 図は従来法（比較例）で得られた光ファイバ用母材の屈折率分布を示す図である。

代理人 内 田 明
 代理人 萩 原 亮 一
 代理人 安 西 篤 夫
 代理人 平 石 利 子

かった。

以上の実施例 1、比較例 1 の結果から、抵抗炉を用いる本発明の方法が、従来法の酸水素炎による悪影響の問題を解決できたことが明らかである。

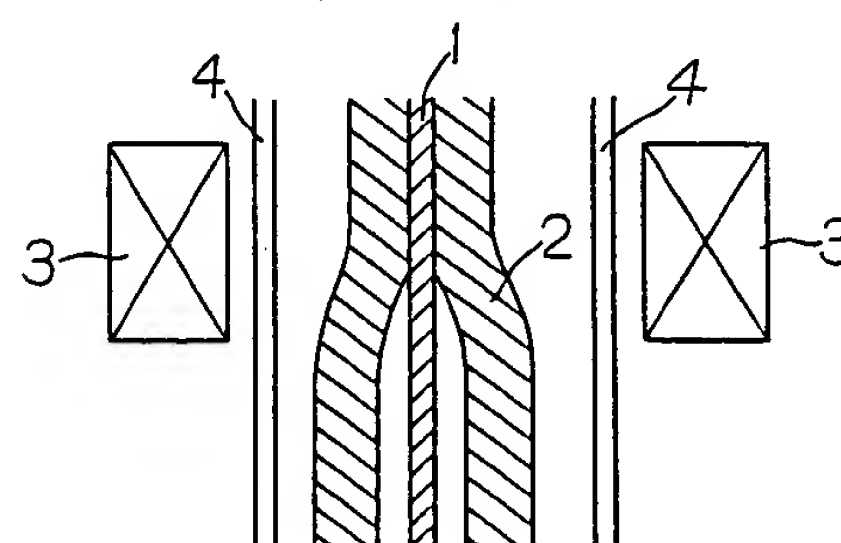
〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明の分散シフト光ファイバ用母材の製造方法は電気炉中で塩素または塩素化合物ガスを含む雰囲気中で前処理加熱、コラップスを行なうことにより、 H_2O による悪影響を排除できるので、正常な所期の屈折率分布構造を有し、かつ直線波のない母材が得られるに加え、従来の酸水素炎による場合よりも大型母材を製造できるので、生産性を向上し、大量生産の途を開く産業上有利な発明である。

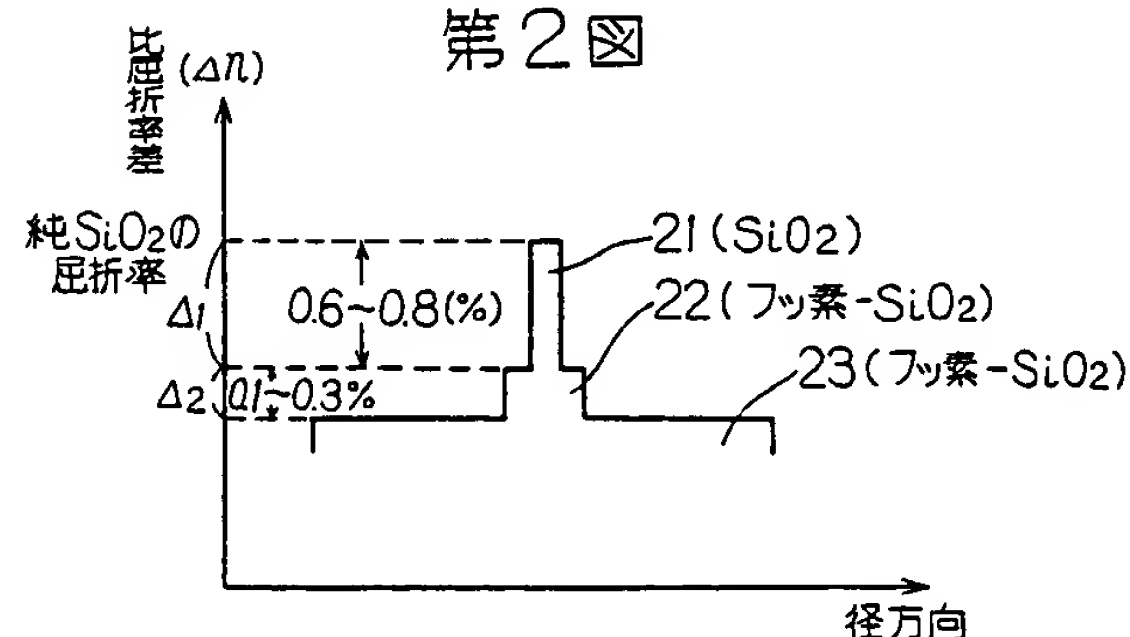
4. 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明の実施態様を説明する模式図、第 2 図は階段状屈折率分布を有する分散シフト光ファイバの屈折率分布を示す図、第 3 図は本発明の実施例で得られた分散シフト光ファイバ

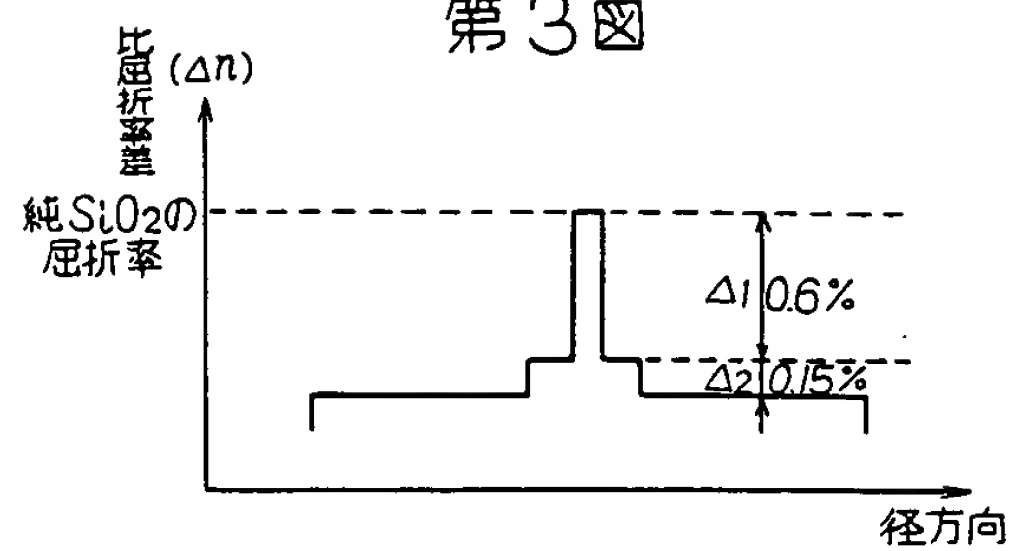
第 1 図



第 2 図



第3図



第4図

